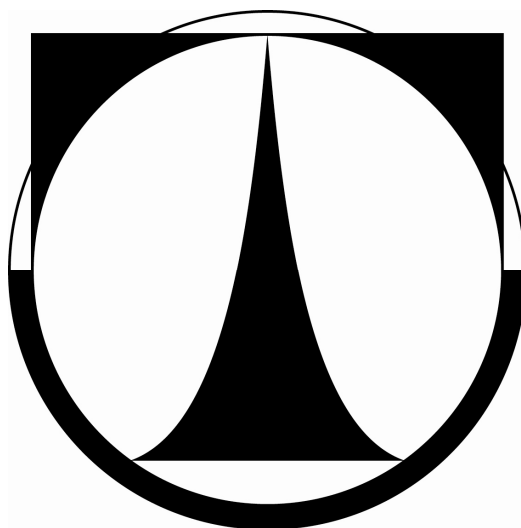


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA STROJNÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**Hodnocení možností použití aromatických
přísad do termoplastů**

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Studijní program B2341 – Strojírenství

Materiály a technologie
zaměřením tváření kovů a plastů

Katedra strojírenské technologie
Oddělení tváření kovů a plastů

Hodnocení možností použití aromatických přísad do termoplastů **Possibility evaluation of using aromatic additives to thermoplastics**

Jan Průšek

Vedoucí bakalářské práce: prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld

Konzultant: Ing. Jan Kolář

Rozsah práce a příloh:

Počet stran	47
Počet tabulek	6
Počet obrázků	38
Počet grafů	2
Počet příloh	3

Datum: 5. 1. 2011

Originální zadání

ANOTACE
TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní

Katedra strojírenské technologie
Oddělení tváření kovů a plastů

Studijní program: B2341 – Strojírenství
Student: Jan Průšek
Téma práce: Hodnocení možností použití aromatických přísad do
termoplastů
Possibility evaluation of using aromatic additives to
thermoplastics

Číslo BP:
Vedoucí BP: prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld
Konzultant: Ing. Jan Kolář

Abstrakt:

Cílem této práce bylo zhodnocení možnosti použití aromatických látek v práškové formě do matrice termoplastů a identifikace jejich koncentrace pomocí plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie.

klíčová slova: aromatická aditiva, termoplastová matrice, plynová chromatografie, hmotnostní spektrometrie

Abstract:

The aim of this work was possibility evaluation of using aromatic additives to thermoplastics matrix and identification of concentration through gas chromatography and mass spectrometry.

Key words: aromatic additives, thermoplastic matrix, gas chromatography, mass spectrometry

Místopřísežné prohlášení

Místopřísežně prohlašuji, že jsem bakalářskou práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury.

V Liberci, 5. ledna 2011

.....

Jan Průšek
Blahoslavova 150/4
46001 Liberec 5

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu práce prof. Dr. Ing. Petru Lenfeldovi za zadání a vedení bakalářské práce. Dále pak ing. Janu Markovi ze společnosti Shimadzu s pomocí na získání kontaktů ohledně plynové chromatografie a panu Franky Puypovi z firmy ITC Zlín za pomoc při určení vhodné chromatografické metody identifikace aditiv v polymeru. Na závěr bych chtěl poděkovat rodině za podporu při studiu.



Obsah

Seznam použitých zkratek a symbolů	8
Úvod	10
1. Plasty	11
1.1. Rozdělení plastů	11
1.1.1. Podle působení teplot	11
1.1.2. Podle nemolekulární struktury	12
1.1.3. Podle druhu přísad	13
1.1.4. Podle polarity	14
1.1.5. Podle chemické struktury	14
1.1.6. Podle původu	14
2. Termoplasty – rozdělení	14
3. Přísady do termoplastů	15
3.1. Maziva	16
3.2. Změkčovadla	17
3.3. Tepelné stabilizátory	17
3.4. Antidegradanty	17
3.5. Plniva	17
3.5.1. Plniva částicová	18
3.5.1.1. Vyztužující plniva	18
3.5.1.2. Nanoplňiva	19
3.5.1.3. Kompozitní slitiny, směsi, Bendy	20
3.6. Nadouvadla	20
3.7. Barviva, pigmenty, barevné koncentráty, optická zjasňovala	20
4. Vstřikování plastů	21
4.1. Popis a vliv jednotlivých časů vstřikovacího cyklu	24
4.1.1. Strojní doby	24
4.1.2. Doba vstřikování	24
4.1.3. Doba dotlaku	25
4.1.4. Doba plastifikace	26
4.1.5. Doba chlazení	26
4.2. Faktory ovlivňující kvalitu výstřiku	26
5. Experimentální část	28
5.1. Plnivo – aromatické látky	28
5.2. Matrice	30
5.3. Proces zamíchání	31
5.4. Mletí	32
5.5. Výroba těles	33
5.6. Mikroskopie	36
5.7. Zkouška chromatografie	39
5.7.1. Termální desorpce	39
5.7.2. Zkouška chromatografie s hmotnostní spektrometrií	40
6. Závěr	46
Seznam literatury	47



Seznam použitých zkratek a symbolů

T_m	teplota tání [°C]
T_f	teplota vizkózního toku [°C]
PE	polyetylén
PP	polypropylén
PS	polystyrén
PC	polykarbonát
PMMA	polymethylmetakrylát
T_g	teplota zesklenní [°C]
PA	polyamid
PB	polybutylén
PVC	polyvinylchlorid
PETP	polyethyltereftalát
PUR	polyuretan
p_i	tlak vnitřní [Pa]
p	tlak vnější [Pa]
F_p	síla přisouvací [N]
F_u	síla uzavírací [N]
t_{ch}	doba chlazení [s]
t_d	doba dotlaku [s]
p_z	zbytkový tlak [Pa]
t_{s1}	strojní čas 1 [s]
t_{s2}	strojní čas 2 [s]
t_{s3}	strojní čas 3 [s]
t_v	doba plnění dutiny [s]



T_{tav}	teplota taveniny [°C]
t_{pl}	doba plastikace [s]
t_{ch}	doba chlazení [s]
GC-MS2010+	plynový chromatograf s hmotnostním spektrometrem
TD-20	termální desorbér



Úvod

V současné době existuje na trhu plastů několik tisíc druhů plastů. V technické praxi se však výrazně uplatní jen několik desítek z nich. Sortiment plastů se neustále zvětšuje a to v podstatě dvěma směry. Jedním z nich je cesta k výrobě nových polymerů a druhým je modifikace dosavadních polymerů. Toto zvyšování počtu materiálů má své pro i proti. Pro je výroba dílů z plastů, aniž by došlo k výrazné změně ceny. Proti jsou vyšší nároky na znalosti konstruktérů.

Při volbě materiálu je třeba vedle vlastností a ceny hmoty vzít v úvahu i jeho zpracovatelnost, která výrazně ovlivňuje mechanické a fyzikální vlastnosti konečného výrobku, ale i technologické podmínky, konstrukční řešení a volbu stroje. Vlastnosti a odolnost polymerů jsou v podstatě dány jejich chemickou a fyzikální strukturou, ale mohou být do značné míry ovlivněny i zpracovatelským procesem.[1]

Cílem této bakalářské práce bylo zhodnocení možnosti použití aromatických látek v práškové formě do matrice termoplastů a identifikace jejich koncentrace.

1. Plasty

Plasty nebo také nazývané jako plastické hmoty jsou synteticky připravované makromolekulární látky, které se dále dají tvářet např. teplem nebo tlakem. Za makromolekulární látku považujeme látku s molekulovou hmotností větší než 10000. Jedná se prakticky o organické sloučeniny.

Makromolekulární látky vznikají při polyreakcích, jimiž jsou: polymerace, polykondenzace a polyadice. Jsou to jednoduché chemické reakce, při níž se opakuje reakce nízkomolekulárních sloučenin s vhodnou chemickou strukturou - monomerů. Spojením mnoha monomerů vzniká vysokomolekulární látka - polymer. [1,2]

1.1 Rozdělení plastů

Plasty lze dělit podle mnoha kritérií. Podle působení teplot, nemolekulární struktury, druhu přísad, polarity. [1,2]

1.1.1 Podle působení teplot

Jedná se o v praxi nejdůležitější dělení. A to na:

Termoplasty – polymery, které při zahřátí přecházejí do plastického stavu. Stavu vysoce viskózních neneutronovských kapalin, ve kterém je možné je snadno zpracovávat a tvářet do požadovaného tvaru. Do pevného skupenství přecházejí ochlazením pod teplotu pro daný plast typickou. Pro semikrystalické plasty se jedná o teplotu tání T_m a pro amorfní plasty teplotu viskózního toku T_f . Při zahřívání termoplastů nedochází ke změnám chemického nýbrž fyzikálního charakteru. Tudíž lze proces plastifikace a následného tuhnutí teoreticky opakovat neustále. V reálu ovšem dochází k degradaci polymeru za působení zvýšené teploty a kyslíku, jež se projevuje na zhoršení vlastností polymeru. Se zvyšující se teplotou a délkou jejího

trvání, rychlost degradace roste. Patří sem např. polyetylén (PE), polypropylén (PP), polystyrén (PS) atd. [1,2]

Reaktoplasty – (dříve nazývané duroplasty, termosety) jsou polymery, které v první fázi zahřívání měknou a je možné je tvářet, ale pouze po omezenou dobu. Dalším zahříváním se spustí chemická reakce, tzv. vytvrzování. Jedná se o polyreakci, zpravidla polykondenzaci, jež byla při výrobě polymeru v jisté fázi přerušena a jejímž výsledkem je prostorově zesíťovaná struktura, která je pro plasty tohoto druhu charakteristická. Jedná se o nevratnou reakci, neboť jsou jednotlivé úseky makromolekul hustě propojeny, lze tedy považovat výrobek za jednu velkou makromolekulu. Při snaze roztavit či rozpustit tuto hmotu dalším přidáním tepla by došlo k degradaci hmoty. Zástupci jsou např. epoxidové pryskyřice, fenolické hmoty, polyesterové hmoty a další. [1,2]

Kaučuky, pryže a elastomery – jsou to polymery, které také ve fázi zahřívání měknou a je možné je tvářet pouze po omezenou dobu. Při dalším zahřívání dochází k chemické reakci, tzv. vulkanizaci (prostorovému zesíťování). Elastomery na bázi termoplastů mají stejné vlastnosti jako termoplasty, co se týče opětovného měknutí a tuhnutí. [1,2]

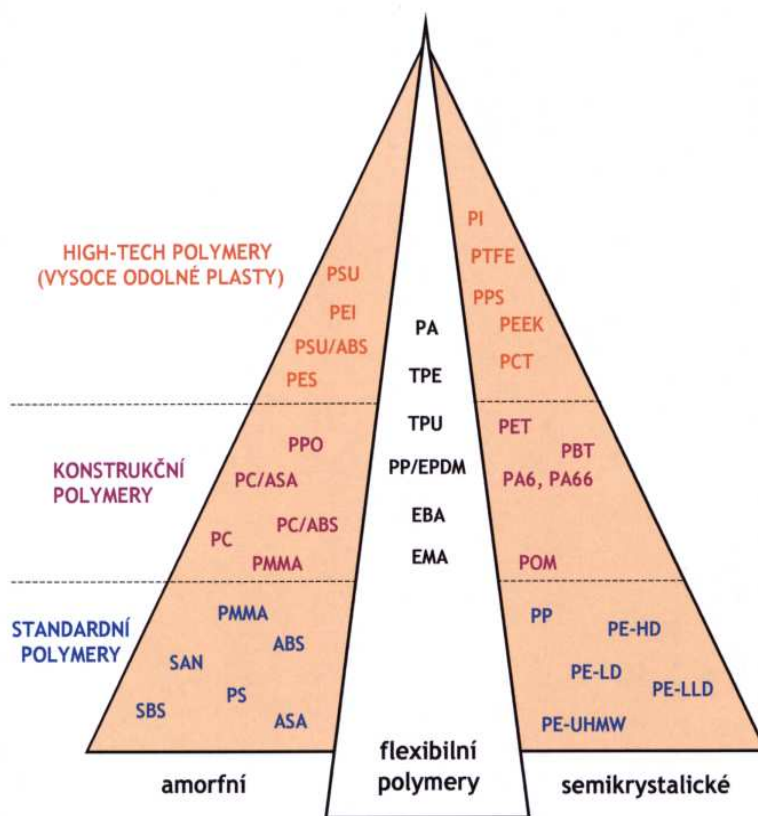
1.1.2 Podle nadmolekulární struktury

Jedná se o rozdělení na základě uspořádanosti makromolekul v daném plasty. A to na:

Amorfní plasty – v nichž zaujímají makromolekuly nahodilou pozici a řetězce jsou v prostoru nepravidelně zkrouceny a propleteny. V této skupině se nachází např. polykarbonát (PC), polymetylmakrylát (PMMA) apod. Vyznačují se tvrdostí, křehkostí, vysokou pevností a modulem pružnosti. Jsou buď čiré, transparentní nebo průhledné. Použitelnost je do teploty zesíťování T_g . [1,2]

Krystalické (semikrystalické) plasty – v těchto plastech je zaznamenáno jisté uspořádání makromolekul. Stupeň uspořádanosti se

nazývá stupeň krystalinity, který udává relativní podíl uspořádaných oblastí mezi oblastmi amorfními. Stupeň krystalinity nikdy nemůže dosáhnout hodnoty 100 %, proto se pro krystalické látky užívá název semikrystalické. Skutečná hodnota stupně krystalinity se pohybuje mezi 40 a 90 %. Tyto materiály jsou houževnaté a modul pružnosti a pevnost rostou se zvětšujícím se stupněm krystalinity. Jsou mléčně zakalené a použitelné do teploty tání T_m . [1,2]



Obr. 1.1 Rozdělení plastů [8]

1.1.3 Podle druhu přísad

Podle druhu přísad je účelně dělíme na:

Neplněné – to jsou plasty, u kterých množství přísad nijak neovlivňuje vlastnosti polymerní matrice



Plněné – zde plnivo ovlivňuje mechanické a fyzikální vlastnosti dané polymerní matrice. V těchto případech je zde plast pouze jako pojivo. Jako přísady zde mohou figurovat plniva, stabilizátory, iniciátory atd. [1,2]

1.1.4 Podle polarity

Polární – je to způsobeno seskupením některých atomů, které vytváří trvalý elektrický dipól. Př. Polyamid (PA), fenolformaldehydové pryskyřice aj.

Nepolární – jsou ty, jejichž atomární seskupení dipól netvoří. Makromolekuly jsou tvořeny pouze atomy uhlíku a vodíku. Zástupci jsou např. polyetylén (PE), polypropylén (PE), polystyrén (PS) apod. [1,2]

1.1.5 Podle chemické struktury

Chemická struktura je jedním z rozhodujících činitelů určujících základní vlastnosti plastů. Odvozují se z ní i chemické názvy plastů. Můžeme je pak dělit např. na polyolefiny, polyamidy, styrenové plasty atd. [1,2]

1.1.6 Podle původu

Dělení podle původu je velmi zastaralé a nepopisuje plasty nijak přesněji. Rozdělují se na:

Přírodní – založeny na přírodních látkách, např. latexu, celulózy, kaseinu aj.

Syntetické – jejich výroba je čistě chemická [1,2]

2. Termoplasty – rozdělení

Termoplasty jsou polymerní látky, které lze působením tepla plastifikovat a zpětně nechat ochlazením přejít do pevného stavu. Tato změna je vratná. [4]

Tab. 1 Rozdělení termoplastů [8]

<i>Polyolefiny</i>		
PE		polyetylén
	HDPE	lineární polyetylén
	LDPE	rozvětvený polyetylén
	UHMWPE	ultravysokomolekulární polyetylén
PP		polypropylén
<i>Chlorované plasty</i>		
PVC		polyvinylchlorid
<i>Styrénové plasty</i>		
PS		polystyrén
	PS-GP	standardní polystyrén
	PS-HI	houževnatý polystyrén
	PS-E	pěnový polystyrén
SB		styrén – butadien
ABS		akrylonitril – butadien – styrén
SAN		styrén – akrylonitril
ASA		akrylonitril – styrén – akrylát
<i>Fluoroplasty</i>		
PTFE		polytetrafluóretylén
ETFE		etylén - tetrafluóretylén
<i>Akryláty</i>		
PMMA		polymethylmetakrylát
MBS		metylmetakrylát – butadien - styrén
<i>Polyamidy</i>		
PA		polyamid
<i>Polyétery</i>		
POM		polyoxymetylen
PFO		polyfenylénoxid
<i>Polyestery</i>		
PET		polyetyléntereftalát
PBT		polybytléntereftalát
PC		polykarbonát
<i>Vinylové plasty</i>		
PVAC		polyvinylacetát
<i>Ketony, sulfidy, sulfony a imidy</i>		
PEEK		polyéteréterketon
PPS		polyfenylénsulfid
PSU		polysulfon
PES		polyéthersulfon
PI		polyimid

3. Příspěvky do termoplastů

Příspěvky (aditiva) mohou usnadňovat nebo dokonce umožňovat zpracování polymeru nebo měnit vlastnosti polymerní směsi a tím i hotového výrobku. Požadavky kladené na výrobky z polymerů jsou různorodé, proto prakticky nepřichází v úvahu užití samotných, čistých polymerů. [4]

3.1 Maziva

Maziva byla původně vyvinuta pro usnadnění zpracování obtížně zpracovatelných plastů. Teprve nedávno se stala základem zpracovatelských přísad do kaučuků. Maziva nejen usnadňují zpracovatelský proces, ale zlepšují i vlastnosti výrobku. Vzhled povrchu, tepelnou a světelnou stabilitu, odolnost vůči povětrnosti. [4]

Podle účinku lze maziva rozdělit na:

maziva s vnějším účinkem – látky málo rozpustné v polymeru, a proto vystupují na povrch a vytvářejí na něm vrstvu

maziva s vnitřním účinkem – jsou dobře rozpustná v polymeru, snižují viskozitu taveniny a množství tepla vznikajícího třením při zpracování polymeru [4]

Podle chemického složení lze rozdělit na:

uhlovodíky – jejich mazací účinek roste s délkou řetězce, proto tuhé parafíny jsou lepší než parafínické oleje

mastné kyseliny a jejich deriváty – soli, především vápníku a zinku, estery a amidy; slouží především jako vnější maziva

vosky – původně přírodní, dnes převážně syntetické estery mastných kyselin

těžké alkoholy – tj. s více než 30 atomy uhlíku v molekule, vnitřní maziva

vícesytné alkoholy – např. glycerol, esterifikované částečně mastnými kyselinami jsou mazivy vnějšími

Někdy se uvedené typy maziv kombinují k dosažení specifických vlastností. [4]

3.2 Změkčovadla

Změkčovadla jsou málo těkavé organické látky, které poskytují polymerům ohebnost, tvárnost, vláčnost (odtud též někdy používaný termín zvláčňovadla) a snižují teplotu jejich zesklňování a viskozitu jejich taveniny. [4]

3.3 Tepelné stabilizátory

Zvyšují odolnost vstřikovaného materiálu k termooxidačnímu stárnutí tj. umožňují tvarování za tepla a tváření polymerů, jejich teploty měknutí a rozkladu leží v úzkém rozmezí. Dělíme je na stabilizátory založené na solích anorganických i organických kyselin a na stabilizátory organické. [4]

3.4 Antidegradanty

Antidegradanty jsou skupinou přísad, které dlouhodobě chrání výrobky před vnějšími vlivy během jejich používání. K těmto vlivům patří především účinek slunečního záření, atmosférického kyslíku, ozonu a tepelné energie. Dělí se na:

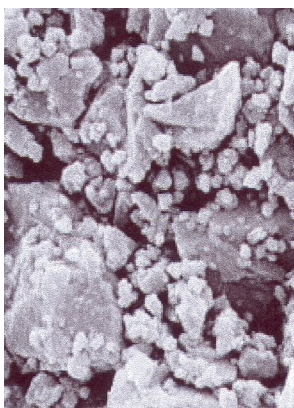
světelné stabilizátory – absorbují ultrafialové záření

antioxidanty - zabraňují řetězovému průběhu oxidace polymeru, degradaci

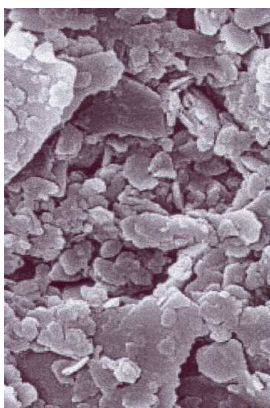
antiozonanty – použití prakticky jen u pryží, nepropouštějí ozon [4]

3.5 Plniva

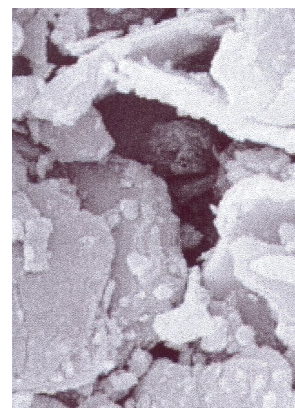
Polymerní materiály s plnivem nazýváme kompozity. Kompozitní materiály jsou definovány jako materiálové struktury vzniklé ze dvou nebo více materiálů zcela odlišných vlastností s výsledným synergickým účinkem. Kompozitní materiál se skládá z matrice – pojivo (polymer) a plnivo. [4]



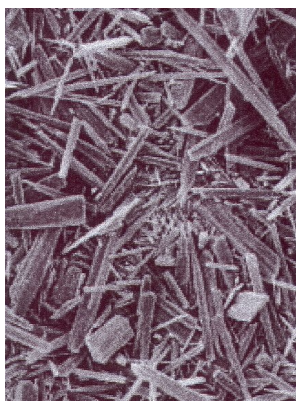
Obr. 3.1 CaCO_3



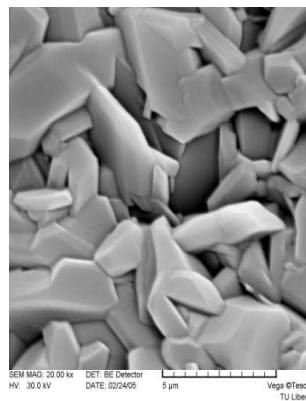
Obr. 3.2 Kaolin



Obr. 3.3 Křída



Obr. 3.4 Kovové částice



Obr. 3.5 Talek [8]

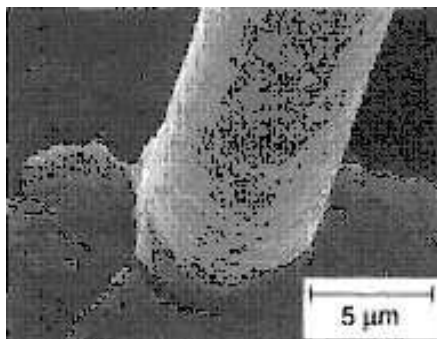
3.5.1 Plniva částicová

Tato plniva zvyšují viskozitu taveniny, zvyšují tvrdost, tuhost a tepelnou odolnost výstřiku. Řadíme mezi ně skleněné mikrokuličky, talek (mastek), kaolin, koks, saze, kysličníky kovů, dřevo atd. [4]

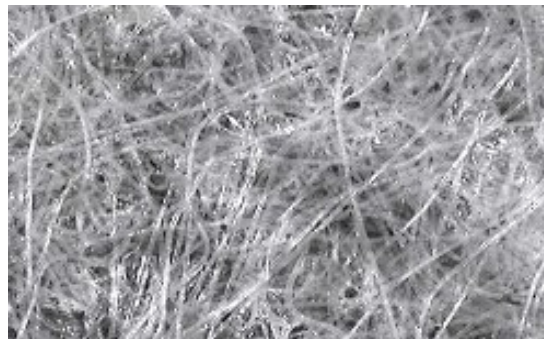
3.5.1.1 Vyztužující plniva

Vyztužující plniva zvyšují kompozitu jeho pevnost, tuhost, tvarovou stálost, odolnost toku za studena, ale také snižují ohebnost, tažnost a smrštění. Vyztužující efekt vláknitých plniv závisí na poměru jejich délky k průměru. Krátká vlákna (Obr. 3.6) jsou v řádu desetín milimetrů a dlouhá vlákna (Obr. 3.7) i několik milimetrů. Průměr je v řádu mikrometrů. Kompozity s dlouhými vlákny mají oproti těm s krátkými vyšší mechanickou pevnost,

vrubovou houževnatost, méně tečou za studena a jsou stálé i za vyšších teplot. [4]



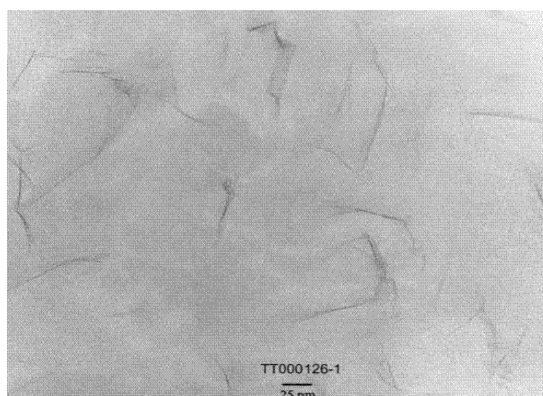
Obr. 3.6 Krátká skelná vlákna



Obr. 3.7 Dlouhá skelná vlákna [8]

3.5.1.2 Nanoplniva

Existuje několik druhů nanokompozitů (Obr. 3.8), přičemž nejčastěji používaným plnivem jsou vrstevnaté jíly, např. montmorillonit (hliníkokřemičitan). Velikost částic (aspoň jeden rozměr) je v řádu nanometrů. Nanočástice zlepšují mechanické vlastnosti polymerní matrice. Mohou plně nahradit částicová minerální i vláknitá plniva a retardéry hoření. Dále zlepšují nepropustnost, odolnost proti chemikáliím a navlhavost, včetně zvýšení lesku a jakosti povrchu. [3]



Obr. 3.8 Nanokompozit [8]



3.5.1.3 Kompozitní slitiny, směsi, blendy

Kompozitní materiál je definován jako materiál, který se vyznačuje využitím výhodných vlastností složek, které je tvoří. Proto směsi (blendy, slitiny) dvou polymerních materiálů, z nichž každý přináší do fyzikálně vzniklé směsi to lepší ze svých vlastností. Můžeme tak dosáhnout mnoha materiálů specifických vlastností pro různé aplikace. Nejčastěji používané blendy jsou: PC/ABS, PC/ASA, PA/ABS, PC/PET atd. [3]

3.6 Nadouvadla

Jedním ze způsobů zpracování polymerů na lehčené hmoty je použití nadouvadel. Přísad, které se při teplotě tváření polymerní směsi rozkládají za vzniku plyných produktů, jež pak ve výrobku vytvářejí uzavřené nebo otevřené póry. [3]

3.7 Barviva, pigmenty, barevné koncentráty, opticky zjasňující prostředky

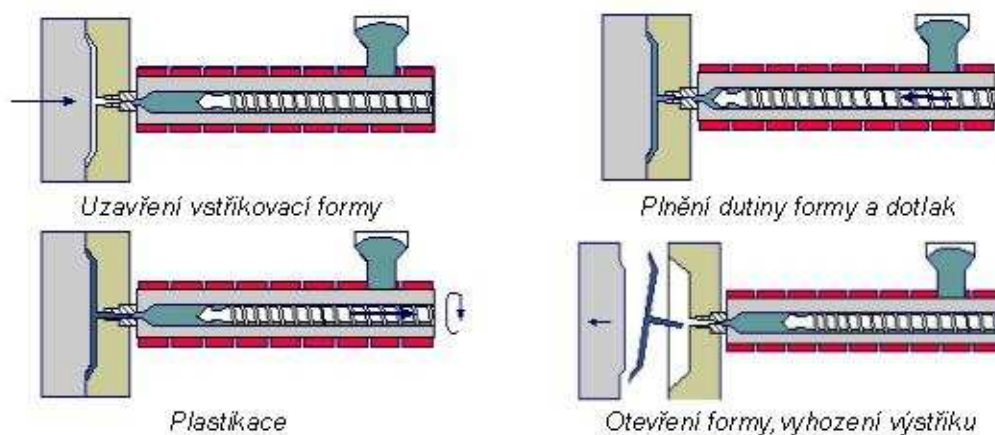
Pigmenty a barviva dávají polymernímu materiálu barevný odstín a nývost. Jsou v polymerech nerozpustné, anorganické, organické a kovové. Mohou působit jako nukleací činidla. Základem je tzv. nosič, tj. plast, který obsahuje 20x až 100x více pigmentů a barviv než původní granulát. Barevné koncentráty musí odolat výrobním podmínkám i při několikanásobném zpracování regenerátu. Opticky zjasňující prostředky zlepšují vzhled u přírodních, bílých a světle pigmentovaných výstřiků. [3]

4. Vstřikování plastů

Vstřikování je dnes jednou z nejpoužívanějších metod na zpracování plastů užívané ve velkosériové či hromadné výrobě. Jedná se o cyklický a diskontinuální proces. Vstřikováním se vyrábí výrobky jak konečného charakteru, tak výrobky sloužící ke kompletaci do hotového celku. Vyráběné díly bývají zpravidla dosti členité s nároky na rozměrovou a tvarovou přesnost, jež touto metodou lze dosáhnout.

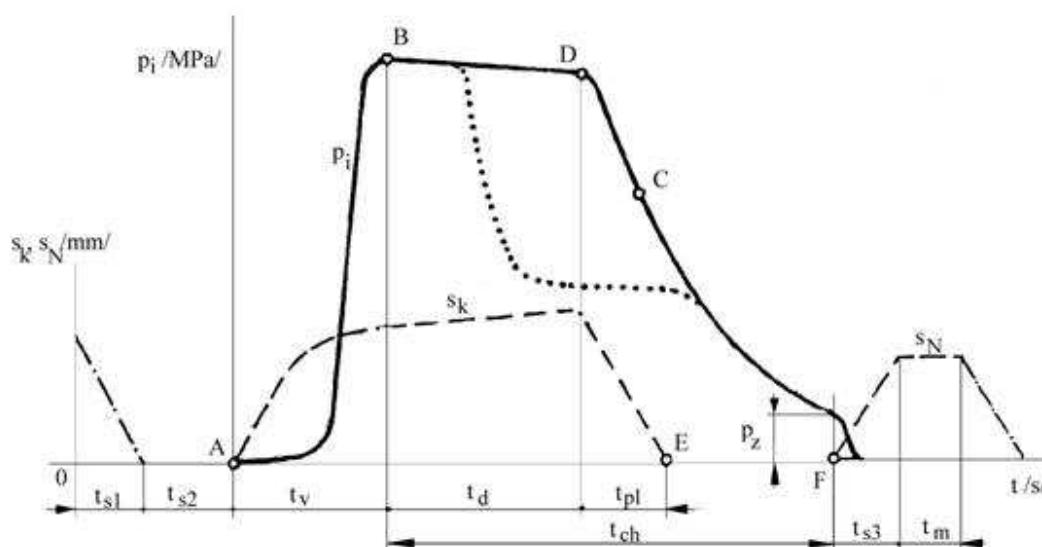
Vstřikováním se rozumí způsob tváření, při kterém je dávka roztaveného plastu vstříknuta z pomocné tlakové komory velkou rychlostí do uzavřené dutiny formy, kde následně ztuhne ve finální výrobek. Tlaková komora je součástí vstřikovacího stroje a zásoba materiálu ke vstřikování je v ní neustále doplňována. Výhody vstřikování jsou: krátký čas cyklu, schopnost vyrábět složité součásti s dobrými tolerancemi rozměrů a velmi dobrou povrchovou úpravou a konstrukční flexibilita. Hlavní nevýhodou jsou vysoké investiční náklady, čekací doby na zhotovení formy a poměr velikosti vstřikovacího stroje k velikosti vyráběného výrobku.

Postup při vstřikování je jednoduchý. Plast je v podobě granulí nasypán do násypky, z níž je odebírán otáčejícím se šnekem, který plast dopravuje do tavicí komory, ve které vzniká za působení tepla a tření tavenina. Tavenina je po té vstříknuta do komory, kterou zcela vyplní a zaujme přesně její tvar. Následuje tlaková fáze pro snížení smrštění. Forma je kovová a vodou chlazená. Odvedením tepla výrobek ztuhne. Následuje otevření formy a vyhození výrobku. Po znovu uzavření formy dochází k opakování cyklu. Cyklus je schematicky znázorněn na obrázku 4.1. [1]



Obr. 4.1 Cyklus vstřikování [9]

Vstřikovací cyklus je sledem přesně za sebou jdoucích specifických operací. Počátek tohoto cyklu musí být jasně definován. Za počátek lze uvažovat impuls uzavření formy. Cyklus však lze posuzovat z hlediska zpracovávaného plastu a vyjádřit jej jako závislost tlaku v dutině formy na čase. (viz. obr. 4.2) Tento tlak je tlakem vnitřním a označuje se p_i . Kromě vnitřního tlaku existuje také tlak vnější, označovaný jako p . Jedná se o tlak vztažený na jednotku plochy průřezu šneku. [1]



Obr. 4.2 Závislost tlaku v dutině formy na čase [9]

Na počátku vstřikovacího cyklu je dutina formy prázdná a otevřená. V čase $t=0$ dostane stroj impuls k zahájení vstřikovacího procesu. Forma se uzavře a uzamkne. Tyto činnosti odlišujeme, protože na uzavření formy je nutné vynaložit pouze malou přisouvací sílu F_p , zatím co na uzavření formy je nutno několikanásobně větší uzavírací sílu F_u (až 3x vyšší), aby bylo zaručeno, že se forma při vstřikování vlivem tlaku neotevře. Následuje přisunutí tavící a započetí samotného vstřikování. V této fázi plní šnek funkci pístu a vtlačuje taveninu do dutiny formy. Po naplnění je tavenina ještě stlačena a tlak dosahuje maximální hodnoty.

Okamžitě po vstříknutí materiálu do formy dochází k odevzdávání tepla a plast chladne. Chlazení trvá do otevření a vyjmutí výstřiku. V praxi se dělí na chlazení při plném vstřikovacím tlaku a na chlazení při klesajícím tlaku. Doba chlazení t_{ch} závisí na teplotě formy a na tloušťce samotného výstřiku. První část představuje dobu trvání dotlaku t_d jímž zabraňujeme smrštění a vzniku propadlin a sraženin. Dotlak může mít velikost maximálního tlaku nebo může být snížen a chlazení pak probíhá za sníženého dotlaku. Dotlak se dělí na izobarický a izochorický. Abychom mohli dotlačovat, musí před čelem šneku objem plast, na který následně bude působit šnek čelem. Velikost tohoto objemu bývá menší než průměr šneku, aby nedocházelo k tepelné degradaci materiálu.

Po skončení dotlaku začíná plastikace nové dávky plastu. Šnek se začíná otáčet a nabírá novou dávku granulátu. Dochází k její plastifikaci a přesunu před čelo šneku. Šnek ustupuje dozadu a překonává zpětný tlak. Velikost protitlaku ovlivňuje dobu plastikace a kvalitu prohnětení hmoty. Příliš vysoký protitlak by mohl zapříčinit degradaci plastu. Ohřev plastu se děje přenosem tepla ze stěn vyhřívaného válce a frikčním teplem, které vzniká samotným třením plastu o šnek a o stěny vstřikovací komory. Je-li komora vybavena samouzavíratelnou tryskou, může plastikace probíhat i při otevřené formě. Dále může, ale nemusí, následovat odsunutí vstřikovací komory. Během chlazení klesá tlak ve formě až na velikost zbytkového tlaku p_z . Nedostatečný zbytkový tlak zapříčiňuje vznik propadlin a deformací. Vysoký zase způsobuje vnitřní pnutí, které u křehkých hmot může zapříčinit samovolné

praskání výstřiků. Po dokonalém zchlazení výstřiku dojde k otevření formy a vyhození výstřiku ven z formy. [1]

4.1 Popis a vliv jednotlivých časů vstřikovacího cyklu

Jednotlivé úseky vstřikovacího cyklu trvají různě dlouho a jsou mimo jiné ovlivněny např. geometrií výstřiku a technologickými podmínkami vstřikování. [1]

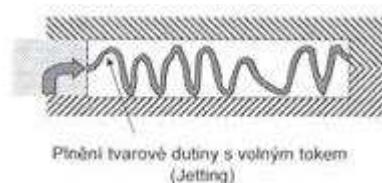
4.1.1 Strojní doby

Strojní čas na uzavření formy t_{s1} a na otevření formy t_{s3} závisí na rychlosti pohybující se formy a na dráze, kterou musí forma urazit. Dráha otevření formy je dána rozměrem výstřiku ve směru otevírání formy a musí být tak velká, aby bylo možno výrobek z formy vyjmout případně bylo dost prostoru pro činnost manipulátoru ve formě. Je snaha zkrátit strojní časy na minimum. Dobu lze zkrátit zvýšením rychlosti formy. U moderních strojů není tato rychlost konstantní. Při zavírání se zpočátku pohybuje velkou rychlostí, avšak těsně před zavřením se rychlost sníží, aby obě části formy na sebe dosedly měkce a forma se nárazem nepoškodila. Podobně i při otevírání formy je nejprve rychlost vysoká a před dosednutím formy na vyhazovač se rychlost sníží, aby vyhození výrobku probíhalo pomalu. Celková doba strojních časů t_{s1} , t_{s2} , t_{s3} nepřesahuje u strojů střední velikosti několik málo sekund. Kromě strojních časů, které jsou součástí vstřikovacího cyklu, se další strojní časy překrývají s dobou chlazení.

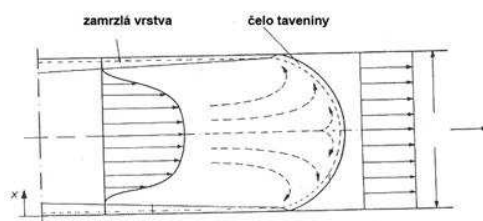
4.1.2 Doba vstřikování

Doba plnění dutiny t_v závisí na rychlosti vstřikování, tj. rychlosti pohybu šneku vpřed, která závisí na technologických podmínkách. Zejména na teplotě taveniny T_{tav} a na vstřikovacím tlaku p . Dále má vliv objem

výstřiku, jeho geometrický tvar, řešení vtokové soustavy, druhu plastu atd. Je však nutné si uvědomit, že k určité hodnotě vstřikovací rychlosti patří určitá hodnota vstřikovacího tlaku, neboli nelze nastavovat velkou rychlost vstřikování při nízkém tlaku. Vysoká rychlost vstřikování má příznivý vliv na orientaci molekul, je zde ale nebezpečí přehřátí a degenerace materiálu. Doba plnění se pohybuje podle velikosti výstřiku od zlomku sekundy po několik málo sekund. Doba plnění musí být co nejmenším, protože vstřikovaná tavenina se ochlazuje při styku s chlazenou formou a ztrácí tekutost, takže při dlouhé době by došlo k nedostříknutí a vzniku zmetku. Proces plnění se musí řídit tak, aby nedocházelo k volnému toku do formy (obr. 4.3), ale k postupnému plnění. Při postupném plnění, laminárním toku (obr. 4.4) se jedná o složitý mechanismus tuhnutí vrstev taveniny. Teplota formy je asi 3 až 4 krát nižší než teplota taveniny a tak tavenina okamžitě tuhne při styku se stěnou a vytváří vrstvu nepohyblivé hmoty a zároveň i vrstvu izolace. Uvnitř zůstává plastické jádro umožňující další průtok taveniny, která se roztéká směrem ke stěnám, až dojde k úplnému zaplnění dutiny formy. Vzhledem ke zvyšování se viskozity směrem ke stěně formy dochází k rostoucí rychlosti v plastickém jádru a k zakřivení čela. Pokles tlaku je pak směrem ke stěně formy.



Obr. 4.3 Volný tok



Obr. 4.4 Laminární fontánový tok [9]

4.1.3 Doba dotlaku

Doba dotlaku t_d představuje nutnou prodlevu mezi ukončením plnění dutiny a počátkem plastifikace, kdy tlak prudce stoupne a rychlost náhle klesne. Pokud by tlak zůstal na původní hodnotě, došlo by ke vzniku tlakové špičky, ke zvýšení hmotnosti a rozměrů výstřiku a namáhání formy, které by

mohlo vést k pružnému prohnutí formy, tzv. dýchnutí. Aby nedošlo k těmto jevům, nenutné v určité době přepnout na dotlak. Doba dotlaku t_d závisí hlavně na minimálním průřezu vtokového kanálu a činí pár až několik desítek sekund. U strojů s optimalizací lze průběh dotlaku optimalizovat. V první fázi je dotlak vyšší, aby se využilo vysoké tekutosti taveniny a ke konci se dotlak sníží, aby se omezila orientace v okolí vtoku.

4.1.4 Doba plastifikace

Doba plastifikace t_{pl} je doba potřebná k zplastikování dávky plastu a k jejímu rovnoměrnému homogenizování a umístění dávky před čelo šneku. Zplastikovaná dávka musí vyplnit nejen dutinu formy a vtokový systém, ale i kompenzovat změnu objemu vyvolanou smrštěním. Teplo, potřebné k roztavení dávky, je asi z jedné třetiny dodáváno elektrickým odporovým topením a asi ze dvou třetin třením hmoty při hnětení.

4.1.5 Doba chlazení

Doba chlazení t_{ch} představuje rozhodující část cyklu a pohybuje se od několika sekund až po pár minut. Závisí na určující tloušťce stěny výstřiku, druhu plastu, teplotě taveniny, teplotě formy, a teplotě výstřiku v okamžiku vyjímání z formy. Je snaha ji zkrátit účinným chlazením formy. Zejména v místech, kde by chladnutí probíhalo nejpomaleji. Doba chladnutí probíhá již během fáze vstřikování a pokračuje během dotlaku. Fáze chladnutí ovlivňuje strukturu (orientaci), krystalizaci, vnitřní pnutí, kvalitu povrchu a lesk. [1]

4.2 Faktory ovlivňující kvalitu výstřiku

Od zpracované hmoty se očekává schopnost přetvoření ve výrobek s požadovanými funkčními vlastnostmi. O mechanických a fyzikálních vlastnostech a kvalitě výstřiku rozhoduje druh plastu, technologické podmínky vstřikování, konstrukční řešení nástroje a volba stroje. [1]

Na vlastnosti výstřiku má z hlediska volby druhu plastu vliv:

- **rychlost plastifikace polymeru** – dosažení homogenní taveniny v co nejkratším čase
- **tekutost (zabíhavost)** – není vhodné, když se viskozita mění příliš rychle s teplotou, zvyšuje se tím náročnost regulace teploty
- **tepelná stabilita** – rozsah teplot co nejširší (ze spodu teplota, při které se mění hmota na viskózní kapalinu a ze shora teplota rozkladu)
- **uvolňování těkavých látek** – došlo by ke zhoršení vzhledu, popř. mechanických vlastností, nutno hmotu předem vysušit nebo použít stroj s odplyněním
- **vnitřní pnutí** – po ztuhnutí co nejmenší
- **smrštění** – změna rozměrů výrobku vůči rozměrům dutiny formy, ovlivněno technologickými podmínkami

Z technologických veličin má na vlastnosti výstřiku největší vliv:

- **vstřikovací tlak** – (tlak, kterým působí jednotková plocha průřezu šneku nebo pístu na taveninu v tavicí komoře) ovlivňuje, rychlost plnění dutiny, velikost uzavírací síly, vnitřní pnutí, smrštění, orientaci makromolekul
- **teplota taveniny** – lze jí snadno měnit zabíhavost, velikost vstřikovacího tlaku, vnitřního pnutí, dobu chlazení apod.
- **teplota formy** - závisí na druhu plastu a charakteru výrobku, ovlivňuje tekutost, rychlost plnění, dobu chlazení, povrch a lesk výrobku, vnitřní pnutí apod., nejvyšší teplota musí být nižší než T_m u semikrystalických materiálů a T_g u amorfních
- **rychlost plnění** – co nejvyšší, je nutné kontrolovat teplotu, aby nedošlo k degradaci taveniny
- **dotlak** – velikost a doba dotlaku ovlivňuje hlavně rozměry, smrštění a vnitřní pnutí

5. Experimentální část

Cílem této části bakalářské práce bylo zhodnocení možnosti použití aromatických látek v práškové formě do matrice termoplastů. Tyto prášková plniva jsou v současné době používané firmou Safic-Alcan pouze do pryží. Pro splnění cíle bakalářské práce byl zvolen tento technologický postup:

1. zamíchání aromatických aditiv do polymerní matrice
2. recyklace vzniklého výrobku na granulát
3. namísení recyklátu čistým polymerem za účelem získání různých koncentrací
4. výroba těles metodou vstřikování
5. identifikace aditiva pomocí mikroskopie
6. identifikace a určení koncentrace aditiva v matrici pomocí plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie

Výsledky jednotlivých zkoušek jsou uvedeny v následujících kapitolách bakalářské práce, v diskuzích u jednotlivých zkoušek a celkové zhodnocení výsledků je uvedeno v závěru.

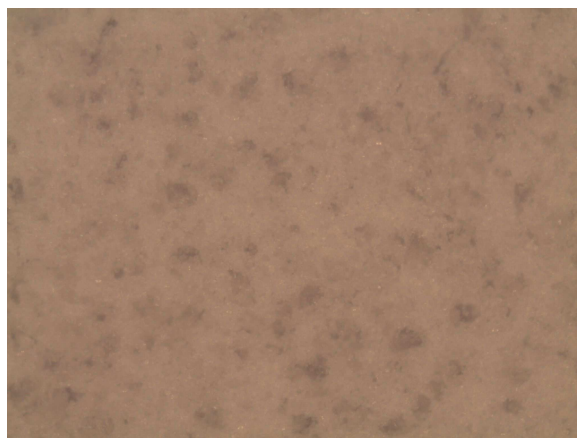
5.1 Plnivo – Aromatické látky

Průmyslové parfémy

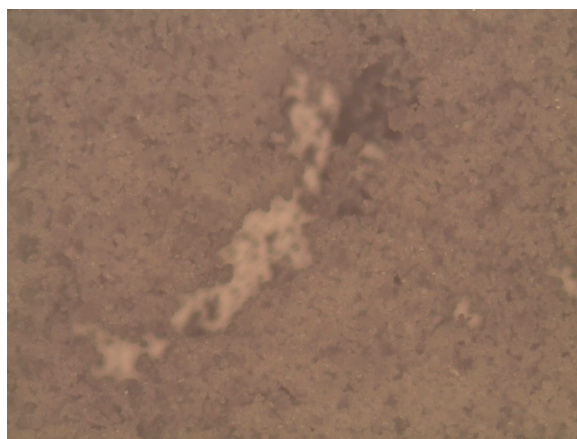
Průmyslové parfémy SAFIMASK byly dodány firmou Safic-Alcan. Tyto průmyslové parfémy byly obdrženy ve třech vůních. Vanilka (Vanilla), jahoda (Fraise) a neutralizátor pachů (AX) a to v práškové podobě. Každý z těchto prášků má své specifické vlastnosti. Nejobávanější vlastností aditiv byla pro tuto práci teplota vzplanutí (flash point). Teplota vzplanutí proto, že zvolená matrice (ale všeobecně všechny termoplasty) má teplotu tání daleko vyšší, než je teplota vzplanutí prášků. Materiálové listy práškových plniv jsou



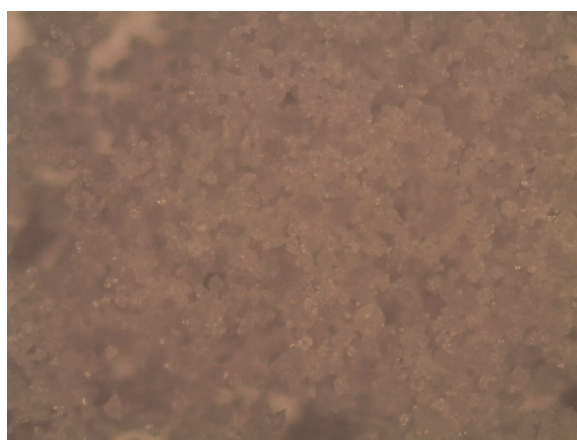
v přílohách č. 1, 2 a 3. Na obr. 5.1 – 5.3 jsou prášky nafoceny ve zvětšení 10x/0.25.



Obr. 5.1 prášek AX



Obr. 5.2 prášek Fraise



Obr. 5.3 prášek Vanille

5.2 Matrice

Polypropylén

Jako matrice byl použit polypropylén Mosten GB 005 od firmy Chemopetrol, a.s..

Charakteristika

Polypropylén Mosten GB 005 je víceúčelový homopolymer se střední distribucí molekulových hmotností a základní aditivací. Typ je určen pro vstřikování, pro výrobu tkacích pásků, provazů a motouzů a pro výrobu fólií s následným tvarováním, zejména pro potravinářské účely. [5]

Tab. 2 Vlastnosti polypropylénu MostenGB005 [5]

Vlastnost	Jednotka	Typická hodnota	Zkušební metoda
INDEX TOKU TAVENINY (230/2,16)	g/10 min	5.0	ISO 1133
NAPĚTÍ NA MEZI KLUZU	MPa	35	ISO 527
CELKOVÁ TAŽNOST	%	>100	ISO 527
OHYBOVÝ MODUL	MPa	1600	ISO 178
NAPĚTÍ NA MEZI KLUZU	MPa	35	ISO 527
VRUBOVÁ HOUŽEVNATOST CHARPY 23°C	kJ/m ²	4.0	ISO 179
VRUBOVÁ HOUŽEVNATOST CHARPY -20°C	kJ/m ²	-	ISO 179
TEPLOTA MĚKNUTÍ DLE VICATA	°C	155	ISO 306
HDT (1,8 MPa)	°C	56.000	ISO 75

Poznámka:

Data obsažená v tabulce představují typické hodnoty jednotlivých vlastností.

Jedná se o údaje informativního charakteru, tj. netvoří meze specifikací daného typu. [5]

Mosten GB 005 splňuje požadavky vyhlášky MZ ČR č. 38/2001 Sb., v platném znění, o hygienických požadavcích na výrobky určené pro styk s potravinami a pokrmů. Typ splňuje rovněž požadavky Nařízení Evropského Parlamentu a Rady (ES) č. 1935/2004 a Směrnice Komise 2002/72/ES, v platném znění. [5]

5.3 Proces zamíchání

Proces zamíchání byl proveden následovně. Laboratorní sušicí zařízení (obr. 5.4) bylo nastaveno na konečnou teplotu 180°C a zapnuto. Následně do něj pak bylo umístěno předem odvážené množství granulátu polypropylénu na speciálních plechách (780g na plech). Granulát zde byl ponechán po dobu nutnou k natavení celého objemu granulátu. Po natavení granulátu byly plechy vyjmuty z laboratorní sušárny. Okamžitě po vyjmutí ze sušárny bylo na plechy nasypáno předem odvážené množství aromatického prášku (20g od každé vůně, jedna vůně na plech), čímž bylo docíleno ulpění aromatického prachu na nataveném polymeru.



Obr. 5.4 Laboratorní sušicí zařízení

Tato metoda zamíchání byla zvolena z důvodu bezpečnosti, kvůli nepředvídatelné reakci aromatického prášku s polymerem při těchto

teplotách. Zde došlo k vysoké reakci prášku, jehož teplota vzplanutí se v nejvyšším případě pohybuje kolem 100°C, s polymerem, jehož teplota po vyjmutí ze sušárny byla nad hranicí 170°C. Tato reakce byla doprovázena velkým oblakem plynné složky v důsledku reakce mezi polymerem a plnivem. Kdyby došlo k této reakci uvnitř sušárny, mohlo by dojít k porušení nebo dokonce i zničení sušárny.

Po vychladnutí a odejmutí z plechu, byl výsledný produkt zbaven zbylého prášku, který pevně neulpěl na matrici. Očištěný produkt byl poté recyklován.

5.4 Mletí

Pro výrobu výstřiků pro analýzu byl výsledný produkt semlet na granulát. Mletí bylo provedeno laboratorním nožovým mlýnem. (Obr. 5.5)



Obr. 5.5 Nožový mlýn

5.5 Výroba těles

Výsledný recyklát byl nejprve rozdělen na 3 díly a poté namíchán v poměru 1:1 a 1:4 (recyklát vs. čistý polypropylén) a jeden díl zůstal namíchán.

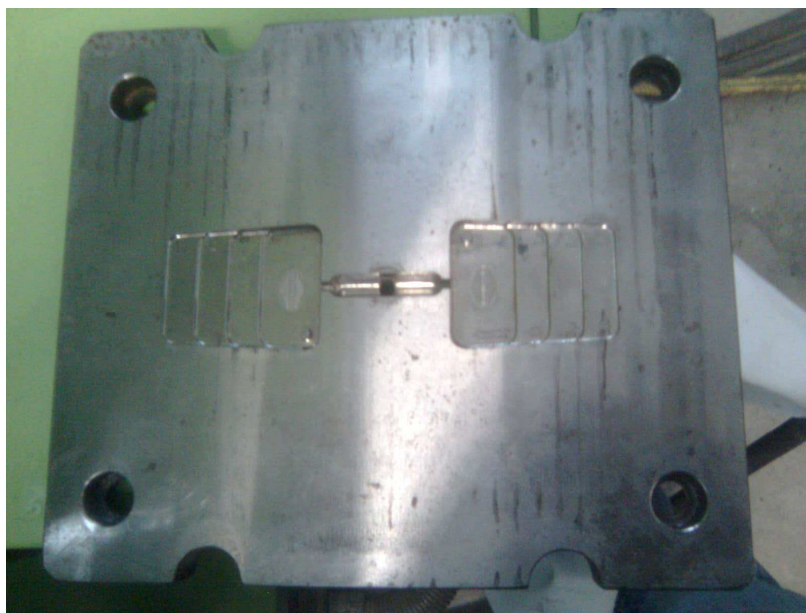
Tab. 3 Tabulka označení vzorků pro chromatografii

	čistý recyklát	1:1	1:4
Vanilla	Vanilla 01	Vanilla 02	Vanilla 03
Fraise	Fraise 01	Fraise 02	Fraise 03

Výroba těles byla provedena metodou vstřikování na vstřikovacím stroji ENGEL Victory 80/20. (Obr. 5.6) do dvounásobné vstřikovací formy s odstupňovanou tloušťkou výstřiku (obr. 5.7). Parametry pro vstřikování jsou uvedeny v tabulce 4 a byly zvoleny tak, aby došlo k co nejlepší homogenizaci materiálu v celém jeho objemu. Na obr. 5.8 je zdokumentován průběh času cyklu. Vzorky získané metodou vstřikování jsou vyfoceny na obr 5.9.



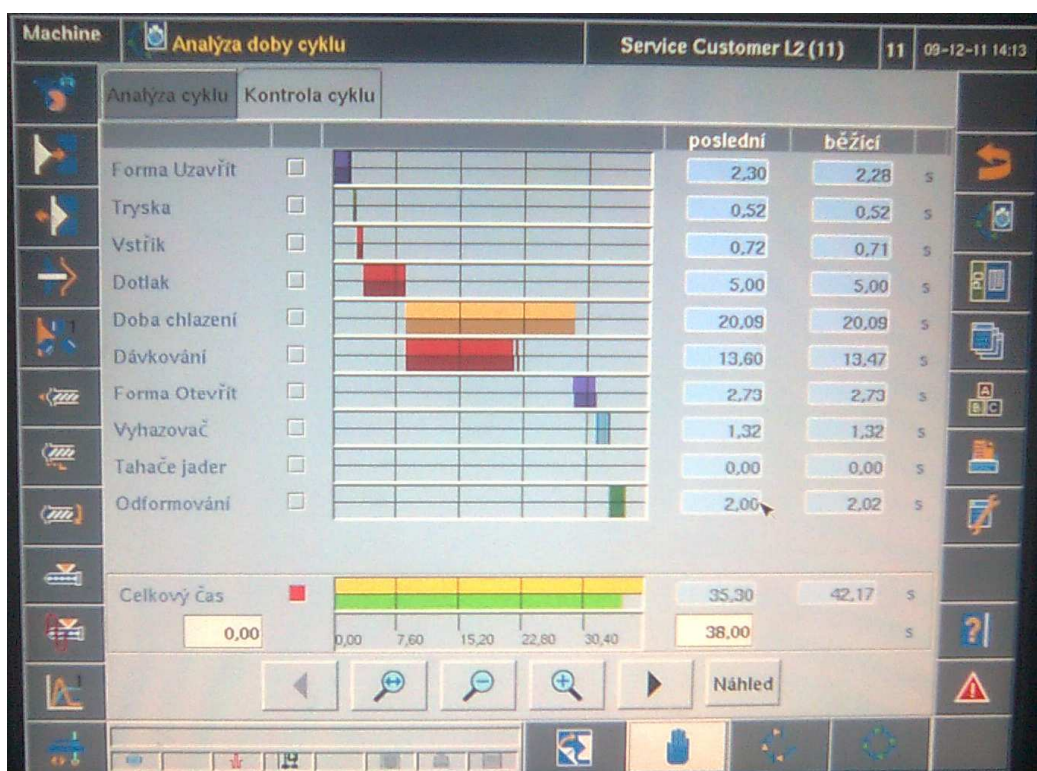
Obr. 5.6 ENGEL Victory 80/20[9]



Obr. 5.7 Forma použitá pro výrobu vzorků

Tab. 4 Parametry vstřikování

vstřikovací rychlost		80 mm/s
dotlak		20 bar/ 5 s
plastikace	obvodová rychlost šneku	0,173 m/s
	protitlak	15 bar
velikost dávky		50 mm
přepnutí		25mm
polštář		18 ±0,1 mm
		0,64 ±
doba vstřiku		0,03 s
doba chlazení		20 s
celková doba cyklu		35 ± 0,5 s
teplota formy		45°C



Obr. 5.8 Průběh časů cyklu



Obr. 5.9 Vzorky

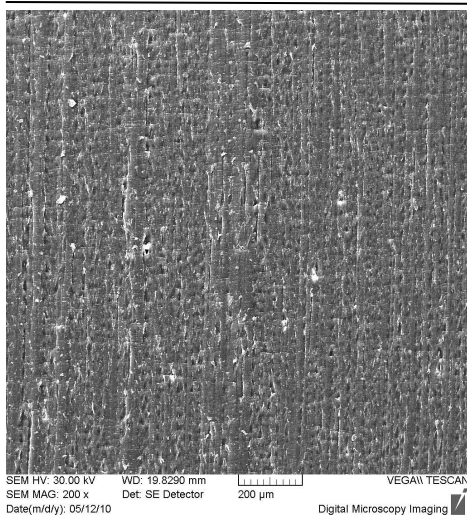
5.6 Mikroskopie

Cílem této části práce byla snaha identifikovat přidané aditivum v matrici. Vzorky bylo nutno předem upravit na maximální tloušťku 0,1 mm. K tomuto účelu byl použit přístroj Mikrotom Leica RM 2255 (Obr. 5.10), na kterém byly tyto vzorky takto upraveny.

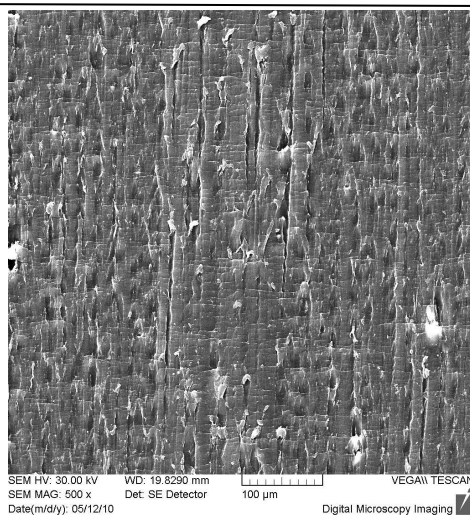


Obr. 5.10 Mikrotom Leica RM 2255 [6]

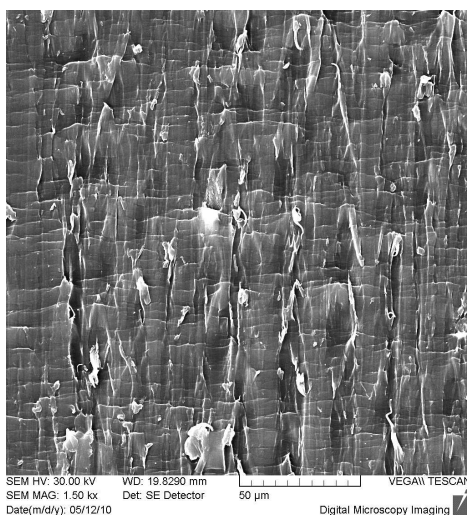
Takto upravené vzorky byly nasnímány metodou rastrovací elektronové mikroskopie na rastrovacím elektronovém mikroskopu Tescan VEGA HMU za použití detektoru sekundárních elektronů. Získané snímky jsou na obrázcích 5.11 – 5.20



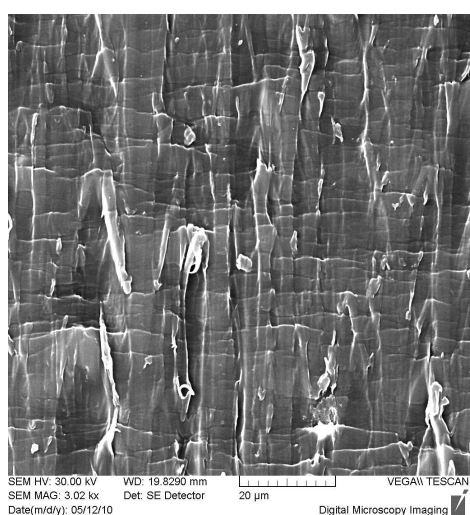
Obr. 5.11 Matrice s aditivem Fraise
zvětšeno 200x



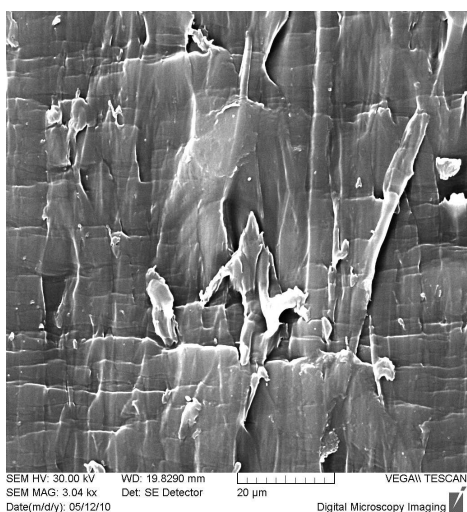
Obr. 5.12 Matrice s aditivem Fraise
zvětšeno 500x



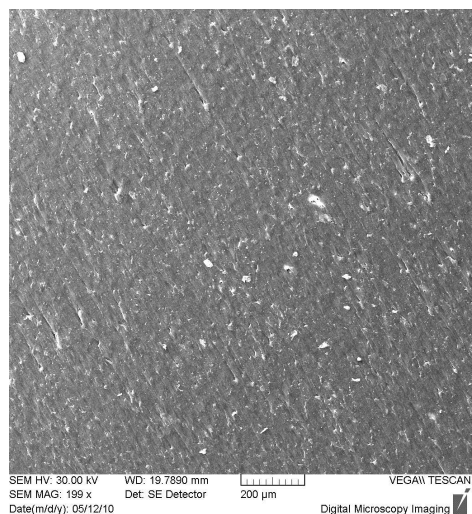
Obr. 5.13 Matrice s aditivem Fraise
zvětšeno 1500x



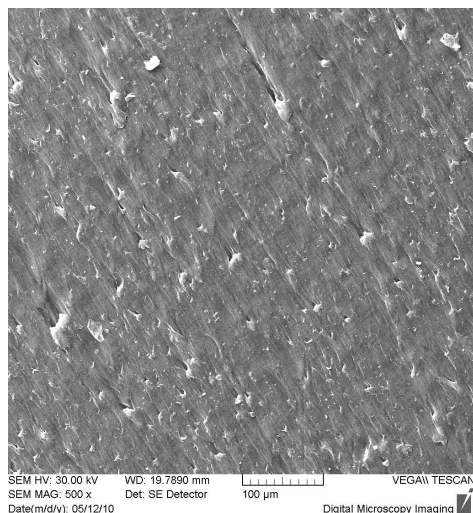
Obr. 5.14 Matrice s aditivem Fraise
zvětšeno 3020x



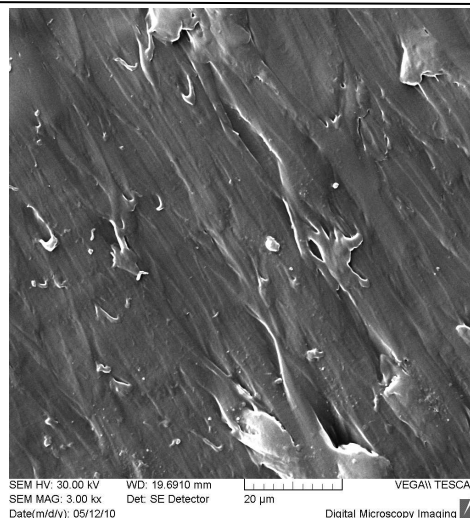
Obr. 5.15 Matrice s aditivem Fraise
zvětšeno 3040x



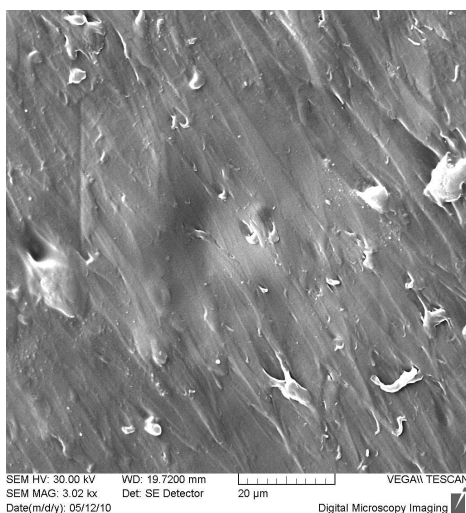
Obr. 5.16 Matrice s aditivem Vanilla
zvětšeno 199x



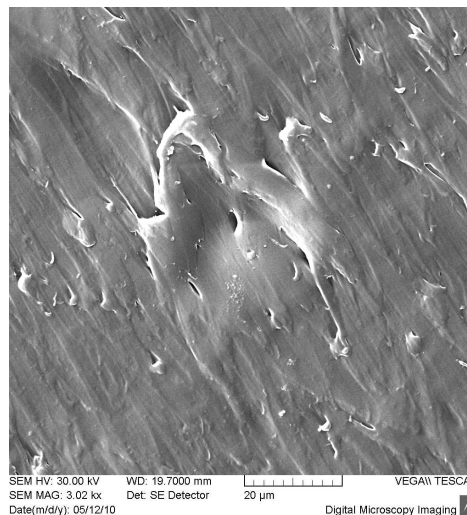
Obr. 5.17 Matrice s aditivem Vanilla
zvětšeno 500x



Obr. 5.18 Matrice s aditivem Vanilla
zvětšeno 3000x



Obr. 5.19 Matrice s aditivem Vanilla
zvětšeno 3020x



Obr. 5.20 Matrice s aditivem Vanilla
zvětšeno 3020x

Bohužel se touto metodou nepodařilo aditivum nasnímat. Zřejmě došlo k natavení prášku a k úplnému spojení s matricí.

5.7 Zkouška chromatografie

Pro identifikaci množství aromatických látek ve finálních vzorcích byla zvolena metoda plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie. Test byl proveden ve spolupráci se specializovanou firmou ITC Zlín. Testování bylo provedeno na přístrojích od firmy Shimadzu GC-MS2010+ (plynový chromatograf s hmotnostním spektrometrem) a TD-20 (termální desorber – pro přípravu vzorku).

5.7.1 Termální desorpce

Vzorky byly upraveny na maximální tloušťku 0,8 mm. Ze vzorku byly při teplotě 250°C po dobu 60 min za průtoku mobilní fáze (v tomto případě Helia) získány těkavé i netěkavé sloučeniny, které byly následně zkoncentrovány a zadrženy při nízké teplotě (cold trap). Vzorek byl dále předán ke chromatografické a spektrometrické analýze.



Obr. 5.21 Termální desorbér firmy Shimadzu TD-20[7]

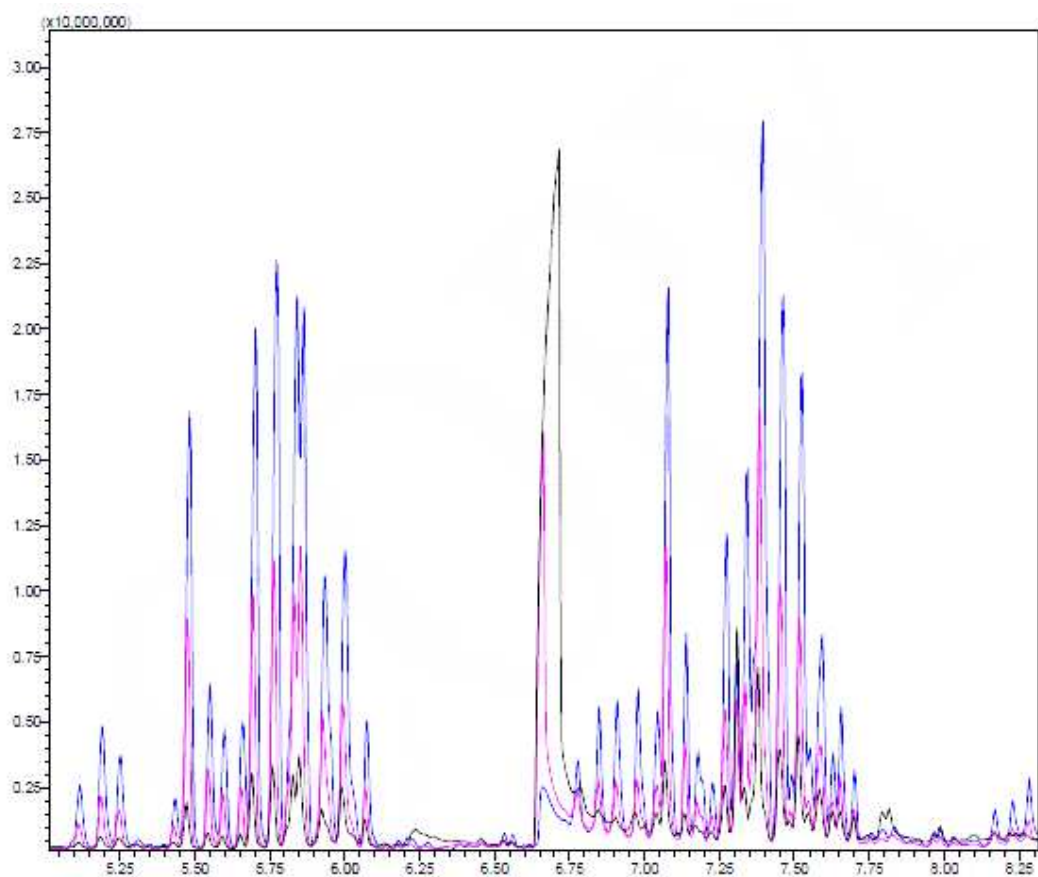
5.6.2 Zkouška chromatografie s hmotnostní spektrometrií

Vzorky získané procesem termální desorpce byly postoupeny analýze na chromatografu s hmotnostním spektrometrem firmy Shimadzu GC-MS2010+ (Obr. 5.21)



Obr. 5.22 Plynový chromatogram s hmotnostním spektrometrem GC-MS2010+ od firmy Shimadzu[7]

Po nainjektování vzorků, průchodu kolonou plynového chromatografu a po separaci iontů na kvadrupólovém separátoru v hmotnostním spektrometru byly získány chromatogramy pro jednotlivá aditiva v závislosti na koncentraci ve vzorcích. Na Obr. 5.23 je získaný chromatogram po analýze vzorků o různých koncentracích aditiva Vanilla. Byl zde jasně identifikován retenční čas aditiva 6,6 minuty. Černý chromatogram znázorňuje vzorek Vanille 01, růžový vzorek Vanille 02 a modrý vzorek Vanilla 03.



Obr. 5.23 Chromatogram vzorků obsahující aditivum Vanille

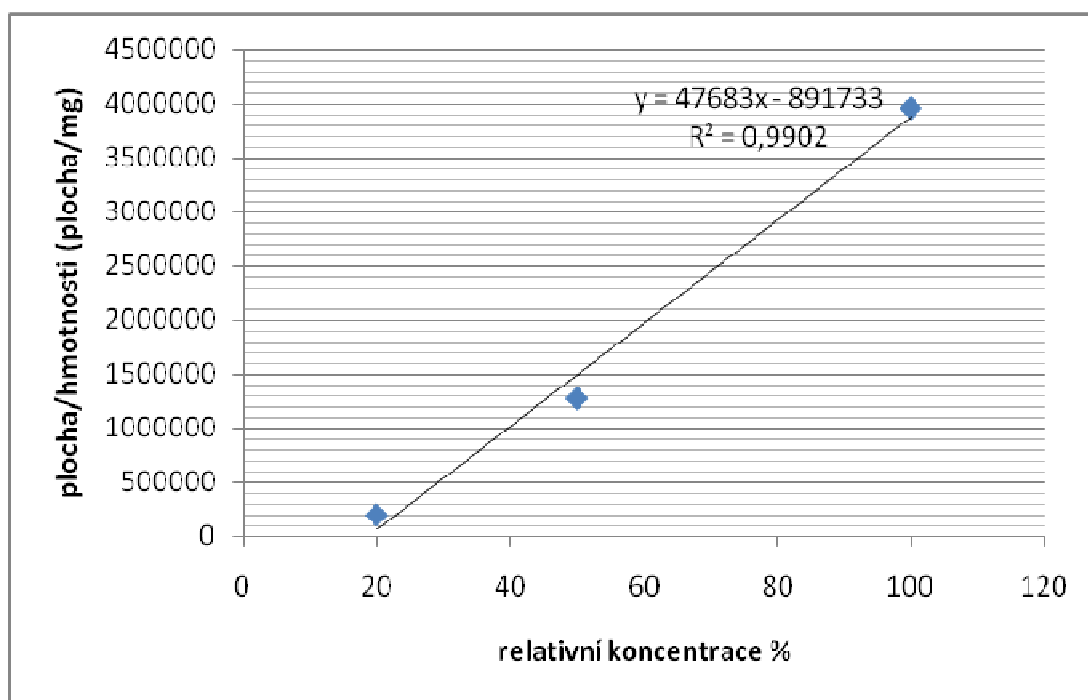
Plocha peaků, hmotnosti vzorků a výpočty pro aditivum Vanilla jsou zaneseny do tabulky 5.

Tab. 5 výsledné hodnoty vzorků Vanilla

Vzorek	Plocha peaku (plocha)	Hmotnost vzorku (mg)	plocha/hmotnost (plocha/mg)	relativní koncentrace (%)
Vanilla 01	101345024	25,6	3958790	100
Vanilla 02	24828662	19,5	1273265	50
Vanilla 03	5669072	28,5	198915	20

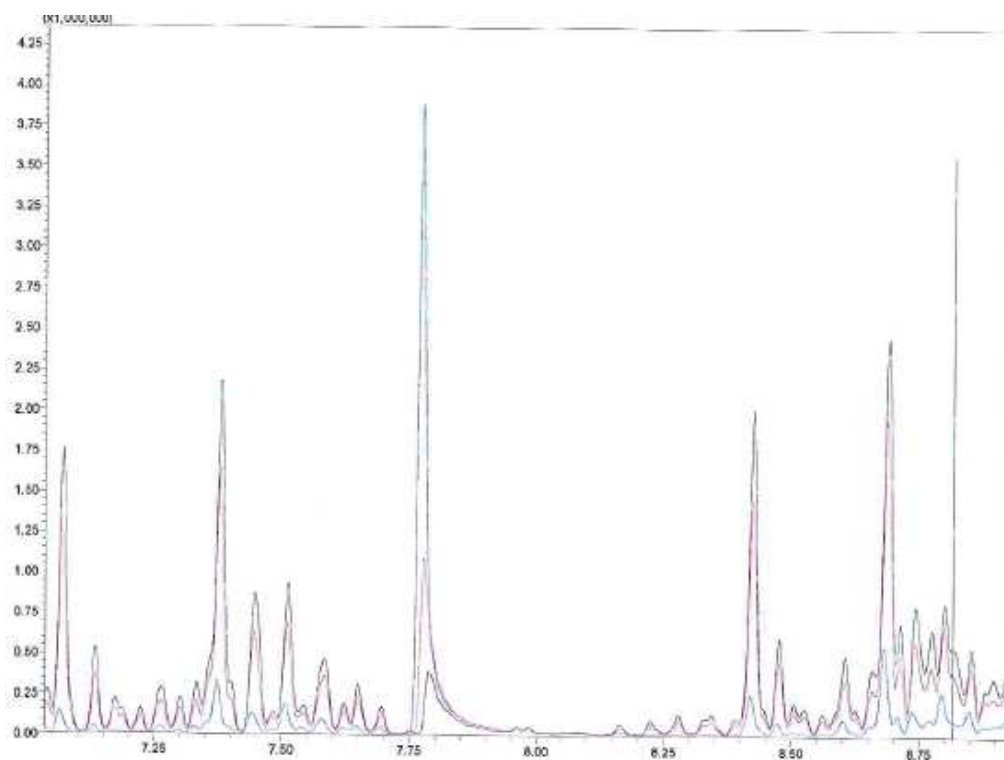
Hodnoty z tabulky 5 byly vyobrazeny v grafu 5.24. Bere se v úvahu 10% neřesnost výsledku.

Graf 1 Závislost koncentrace aditiva Vanille



Z grafu 1 je patrná lineární závislost mezi relativní koncentrací a hodnotami získanými pomocí analýzy TD-20 GC-MS.

Stejnou metodou byl získán chromatogram pro vzorky a aditivem Fraise. Je vyobrazeny na obr. 5.25. Retenční čas stanoven na 7,8 minuty.



Obr. 5.25 Chromatogram vzorků obsahující aditivum Fraise

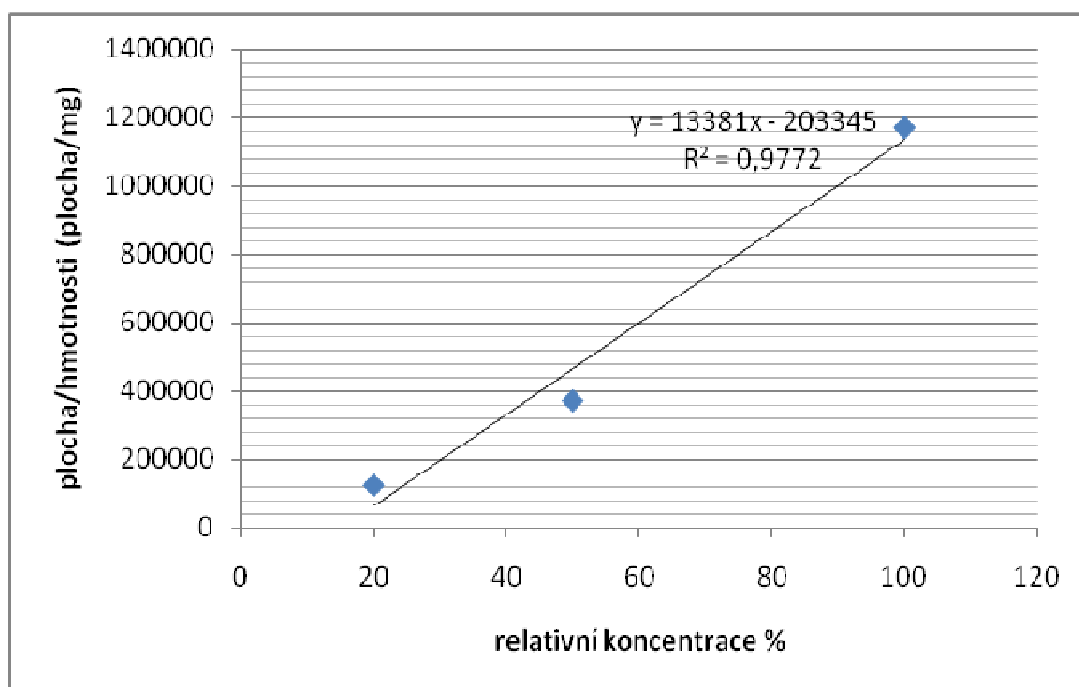
Plocha peaků, hmotnosti vzorků a výpočty pro aditivum Fraise jsou zaneseny do tabulky 5.

Tab. 6 výsledné hodnoty vzorků Fraise

Vzorek	Plocha peaku (plocha)	Hmotnost vzorku (mg)	plocha/hmotnost (plocha/mg)	relativní koncentrace (%)
Fraise 01	11467260	9,8	1170129	100
Fraise 02	4455386	12,0	371282	50
Fraise 03	1503939	12,2	123274	20

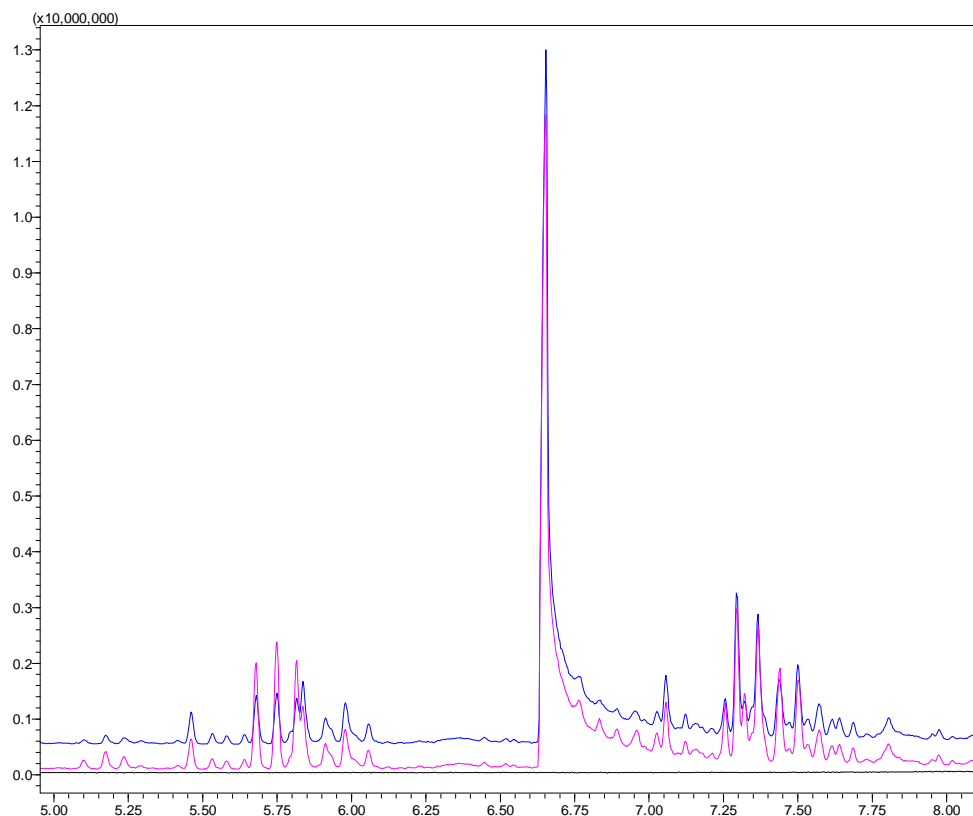
Hodnoty z tabulky 6 byly vyobrazeny v grafu 5.26. Bere se v úvahu 10% neřesnost výsledku.

Graf 2 Závislost koncentrace aditiva Fraise



Z grafu 2 je patrná lineární závislost mezi relativní koncentrací a hodnotami získanými pomocí analýzy TD-20 GC-MS.

V poslední části experimentu byla 2x provedena TD-20 GC-MS analýza vzorku Vanilla 01. Chromatogramy ke srovnání jsou na obr. 5.27.



Obr. 5.27 Chromatogram prášku Vanilla

Z hodnot získaných touto analýzou jsme byli schopni určit hodnotu absolutní koncentrace aditiva ve vzorku Vanilla 01 a nepřesnost měření.

6. Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo zhodnocení možnosti použití aromatických látek v práškové formě do matrice termoplastů. Tyto prášková plniva jsou v současné době používané firmou Safic-Alcan pouze do pryží.

Bakalářská práce se skládá ze dvou hlavních částí, teoretické a experimentální. V teoretické části byly popsány polymery, přísady do termoplastů a technologie vstřikování. V experimentální části byl proveden popis použitých strojních zařízení a materiálů a rozbor procesu zamíchání pro následné experimentální zkoušky. Zamíchání aromatických aditiv do polymerní matrice a výroba vzorků s různou koncentrací aditiv bylo provedeno dle požadavků firmy Safic-Alcan. Tyto vzorky byly dále upraveny podle požadavků a nároků jednotlivých identifikačních metod, které byly použity pro hodnocení vybraných vlastností. Upravené vzorky byly podrobeny identifikaci pomocí rastrovací elektronové mikroskopie a plynové chromatografie s hmotnostní spektrometrií.

Metoda rastrovací elektronové mikroskopie je jako hodnotící metoda pro tuto aplikaci nepoužitelná, neboť se nepodařilo aditivum ve vzorcích nasnímat v rozdílných rozlišeních. Tato situace se dala předpokládat, neboť při procesu zamíchání došlo k roztavení práškového plniva a spojení s polymerní matricí.

Pomocí metody chromatografie s hmotnostní spektrometrie se úspěšně podařilo identifikovat samotná aditiva. Výsledky získané metodou GC-MS pro jednotlivé koncentrace aditiv Vanille a Fraise jsou vyobrazeny na chromatogramech ke srovnání. Dále bylo zjištěno, že jednotlivá aditiva mají rozdílné retenční časy. Vanilla 6,6 min a Fraise 7,8min. Na závěr byla zjištěna absolutní koncentrace aditiva ve vzorku Vanilla 01. Koncentrace byla vyčíslena na hodnotu 0,38% a nepřesnost pak 0,08%.

Použití práškových aromatických aditiv do termoplastové matrice je po vyvinutí vhodné metody smísení a dodržení bezpečnostních podmínek možné, což se potvrdilo na základě zjištěných parametrů.



Seznam použité literatury

- [1] LENFELD, P.: Technologie II – 2. část (Zpracování plastů). Technická univerzita v Liberci, 2006. ISBN 80-7372-037-X
- [2] KREBS, J.: Teorie zpracování nekovových materiálů. Technická univerzita v Liberci, 2006. ISBN 80-7372-133-3
- [3] ZEMAN, L.: Vstřikování plastů. Nakladatelství BEN, 2009 ISBN 80-7300-026-1
- [4] DUCHÁČEK, V.: Polymery – výroba, vlastnosti, zpracování, použití, 2. vydání. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze., Praha 2006
- [5] www.chemopetrol.cz
- [6] www.leica-microsystems.com
- [7] www.shimadzu.com
- [8] LENFELD, P. a kolektiv: Strojírenská technologie – vybrané prezentace. Technická univerzita v Liberci, 2008. ISBN 978-80-7372-326-2
- [9] www.ksp.tul.cz



Přílohy

Seznam příloh

Příloha 1: Materiálový list Safimask Vanilla

Příloha 2: Materiálový list Safimask Fraise

Příloha 3: Materiálový list Safimask AX



SPECIFICATIONS

SAFIMASK VANILLA

SAFIMASK VANILLE

GENERAL PROPERTIES

FUNCTION : For fragrances. Industrial use only

ORIGIN : CE - Production under control of *safic-alcan*

CARACTERISTICS

	UNITS	TYPICAL VALUE	SPECIFICATION S
Appearance		Powder	
Odor		Vanilla	
Density		1.053	
Refractive index (20°C)		1.471	
Flash point (Cup closed)	°C	>95	

STORAGE

In normal storage conditions (dry and cool place), product is stable for at least 1 year.

PRESENTATION

Drums
Pallet

13/01/05



1. IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE / PREPARATION and THE COMPANY/UNDERTAKING

PRODUCT NAME : **SAFIMASK VANILLA**

SUPPLIER:

SAFIC-ALCAN
3 Rue Bellini
92806 PUTEAUX CEDEX - FRANCE

Tel : 33/ 1/ 46 92 64 64
Fax : 33/ 1/ 46 98 96 91
Email : infofds@safic-alcan.fr
<http://www.safic-alcan.fr>

Emergency phone: 33/1/ 45 42 59 59

Use : For perfume, only industrial use

2. HAZARDS IDENTIFICATION

Harmful to aquatic organisms, may cause long term adverse effects in the aquatic

3. COMPOSITION / INFORMATION ON INGREDIENTS

This product is a

Composition	%	N°CAS	N°CE	N° REACH
Hexahydro hexamethyl cyclopenta benzopyran	0 - 2	1222-05-5	214-946-9	N, R50/53 ND

ND : No determinated

4. FIRST AID MEASURES

Inhalation:	Take person out of the contaminated area. Place the subject at ease in the fresh air. Seek medical advice.
Contact with eyes:	Wash immediately and abundantly with water at least 10 minutes. If irritation persists, consult an ophthalmologist.
Contact with skin	Wash immediately and abundantly with water and soap.
Ingestion:	In case of swallowing, do not induce vomiting. Seek medical attention immediately

5. FIRE-FIGHTING MEASURES

Suitable extinguishing media :	foam, CO2, dry chemicals
Not recommended	-
Specific hazards	Cool the container with sprayed water to avoid polymerisation. Eliminate hot points.

6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES



Environmental Protection	Do NOT discharge in sewers. Do not allow this chemical to enter the environment Do not contaminate surface water
Cleaning Methods	Contain spreading with sand Recover the product and store it in a dry labelled container. Shovel up

7. HANDLING AND STORAGE

Handling	Storage and handling precautions applicable to products
Storage	Store protected from fire and heat. Keep only in the original container. Keep container tightly closed and dry.

8. EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION

Exposure limits	VLE	ME
Individual Protective Equipment		
Respiratory protection	Efficient mask in case of insufficient ventilation	
Hand protection	Gloves Replace gloves immediately when torn or any change in appearance is noticed.	
Eyes protection	Safety glasses.	
Skin and body protection	Suitable Protective clothing	

9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

Form	Powder
Colour	yellow
Odour	True to standard
pH	Not applicable
Boiling point (°C)	Not applicable
Melting point (°C)	Not applicable
Flash point (°C)	> 100°C
Density	1053 kg/m ³ (20°C)
Refractive index	1.471

10. STABILITY AND REACTIVITY

Stability	Stable 12 months at normal conditions
Conditions to be Avoided	Store protected from moisture and heat.
Dangerous Decomposition Products	No dangerous reactions known

11. TOXICOLOGICAL INFORMATION

Inhalation :	Not determined
Contact with eyes	Not determined



Contact with skin	Not determined
Ingestion :	Not determined

12. ECOLOGICAL INFORMATION

Bio-accumulation	Data not available
Eco-toxicity and surface	Prevent contamination of soil, ground water.

13. CONSIDERATIONS RELATING TO ITS REMOVAL

Product and Waste by	Follow local regulations. Destroy the product incineration
Packaging by	Follow local regulations. Destroy the product incineration

14. INFORMATION RELATING TO TRANSPORT

Not considered as dangerous for transport

15. STATUTORY INFORMATION

Risk Phrases:

R52/53 Harmful to aquatic organisms, may cause long term adverse effects in the aquatic

16. OTHER INFORMATION

Risk Phrases

R52/53 Harmful to aquatic organisms, may cause long term adverse effects in the aquatic

The information contained in this data sheet:

- is based on the current state of our knowledge of the product and its aim is to describe the product in relation to health, safety and the environment.
- in no way constitutes any form of guarantee of the specific properties of the product.
- in no way exempts the user from making himself familiar with and applying all the statutory texts governing his business; he must take sole responsibility for the precautions associated with his use of the product.

All the statutory provisions are simply aimed at helping the addressee to fulfil the obligations devolving on him. This list should not be considered as exhaustive.

The addressee must check that there are no other obligations devolving on him pursuant to other statutory regulations in addition to those listed.

This MSDS supersedes the one dated : 22/12/05

Data compared to the previous version altered in sections 1, 2, 3



SPECIFICATIONS

SAFIMASK STRAWBERRY

SAFIMASK FRAISE

GENERAL PROPERTIES

FUNCTION : For fragrances. Industrial use only

ORIGIN : CE - Production under control of *safic-alcan*

CARACTERISTICS

	UNITS	TYPICAL VALUE	SPECIFICATION S
Appearance		Powder	
Odor		Strawberry	
Density		1.025	
Refractive index (20°C)		1.442	
Flash point (Cup closed)	°C	95	

STORAGE

In normal storage conditions (dry and cool place), product is stable for at least 1 year.

PRESENTATION

Drums
Pallet

13/01/05



1. IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE / PREPARATION and THE COMPANY/UNDERTAKING

PRODUCT NAME : **SAFIMASK STRAWBERRY**

SUPPLIER:

SAFIC-ALCAN

3 Rue Bellini

92806 PUTEAUX CEDEX - FRANCE

Tel : 33/ 1/ 46 92 64 64

Fax : 33/ 1/ 46 98 96 91

Email : infofds@safic-alcan.fr

<http://www.safic-alcan.fr>

Emergency phone: 33/1/ 45 42 59 59

Use : For perfume, only industrial use

2. HAZARDS IDENTIFICATION

Preparation without hazard determined

3. COMPOSITION / INFORMATION ON INGREDIENTS

This product is a

Composition	%	N°CAS	N°CE		N°REACH
ETHYL MALTOL	0-10	4940-11-8	225-582-5	Xn, R22	ND

ND = No determinated

4. FIRST AID MEASURES



Inhalation:	Take person out of the contaminated area. Place the subject at ease in the fresh air. Seek medical advice.
Contact with eyes:	Wash immediately and abundantly with water at least 10 minutes. If irritation persists, consult an ophthalmologist.
Contact with skin	Wash immediately and abundantly with water and soap.
Ingestion:	In case of swallowing, do not induce vomiting. Seek medical attention immediately

5. FIRE-FIGHTING MEASURES

Suitable extinguishing media :	foam, CO ₂ , dry chemicals
Not recommended	-
Specific hazards	Cool the container with sprayed water to avoid polymerisation. Eliminate hot points.

6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

Environmental Protection	Do NOT discharge in sewers. Do not allow this chemical to enter the environment Do not contaminate surface water
Cleaning Methods	Contain spreading with sand Recover the product and store it in a dry labelled container. Shovel up

7. HANDLING AND STORAGE

Handling	Storage and handling precautions applicable to products
Storage	Store protected from fire and heat. Keep only in the original container. Keep



container tightly closed and dry.

8. EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION

Exposure limits VLE ME

Individual Protective Equipment

Respiratory protection	Efficient mask in case of insufficient ventilation
Hand protection	Gloves Replace gloves immediately when torn or any change in appearance is noticed.
Eyes protection	Safety glasses.
Skin and body protection	Suitable Protective clothing

9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

Form	Powder
Colour	incolore to yellow
Odour	True to standard
pH	Not applicable
Boiling point (°C)	Not applicable
Melting point (°C)	Not applicable
Flash point (°C)	95°C
Density	1025 kg/m ³ (20°C)
Refractive index	1.442

10. STABILITY AND REACTIVITY

Stability	Stable 12 months at normal conditions
Conditions to be Avoided	Store protected from moisture and heat.
Dangerous Decomposition Products	No dangerous reactions known

11. TOXICOLOGICAL INFORMATION



Inhalation : Not determined

Contact with eyes Not determined

Contact with skin Not determined

Ingestion : Not determined

12. ECOLOGICAL INFORMATION

Bio-accumulation Data not available

Eco-toxicity
and surface

Prevent contamination of soil, ground
water.

13. CONSIDERATIONS RELATING TO ITS REMOVAL

Product and Waste Follow local regulations. Destroy the product by
incineration

Packaging Follow local regulations. Destroy the product by
incineration

14. INFORMATION RELATING TO TRANSPORT

Not considered as dangerous for transport

15. STATUTORY INFORMATION

Not labelled as dangerous according to rules and criteria in EEC directives.

16. OTHER INFORMATION

Risk Phrases

R22 Harmful if swallowed.



The information contained in this data sheet:

- is based on the current state of our knowledge of the product and its aim is to describe the product in relation to health, safety and the environment.
- in no way constitutes any form of guarantee of the specific properties of the product.
- in no way exempts the user from making himself familiar with and applying all the statutory texts governing his business; he must take sole responsibility for the precautions associated with his use of the product.

All the statutory provisions are simply aimed at helping the addressee to fulfil the obligations devolving on him. This list should not be considered as exhaustive.

The addressee must check that there are no other obligations devolving on him pursuant to other statutory regulations in addition to those listed.

This MSDS supersedes the one dated : 22/12/05

Data compared to the previous version altered in sections 1, 2, 3



SPECIFICATIONS

SAFIMASK AX

SAFIMASK AX

GENERAL PROPERTIES

ORIGIN : Production under control of *Safic-Alcan*

Nature : Neutralizing odor

CARACTERISTICS

	UNITS	TYPICAL VALUE	SPECIFICATION S
Aspect			Powder
Odor			Caractéristic
Density			1.005 – 1.013
Refractive index (20°C)			1.441 – 1.455
Flash point			56 – 62

STORAGE

At least 1 years if stored properly

Date : 28/09/04



1. IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE / PREPARATION and THE COMPANY/UNDERTAKING

PRODUCT NAME : **SAFIMASK AX**

SUPPLIER:

SAFIC-ALCAN

3 Rue Bellini

92806 PUTEAUX CEDEX - FRANCE

Tel : 33/ 1/ 46 92 64 64

Fax : 33/ 1/ 46 98 96 91

Email : infofds@safic-alcan.fr

<http://www.safic-alcan.fr>

Emergency phone: 33/1/ 45 42 59 59

Use : For perfume, only industrial use

2. HAZARDS IDENTIFICATION

Preparation without hazard determined

3. COMPOSITION / INFORMATION ON INGREDIENTS

This product is a

Composition	%	N°CAS	N°CE		N° REACH
d,l camphre	0 - 10	464-49-3	207-355-2	Xn, R20, R68/22	ND
Eucalyptus globulus essential oil	0 - 10	8000-48-4	-	Xn, R10, R65	



ND = No determined

4. FIRST AID MEASURES

Inhalation:	Take person out of the contaminated area. Place the subject at ease in the fresh air. Seek medical advice.
Contact with eyes:	Wash immediately and abundantly with water at least 10 minutes. If irritation persists, consult an ophthalmologist.
Contact with skin	Wash immediately and abundantly with water and soap.
Ingestion:	In case of swallowing, do not induce vomiting. Seek medical attention immediately

5. FIRE-FIGHTING MEASURES

Suitable extinguishing media :	foam, CO ₂ , dry chemicals
Not recommended	-
Specific hazards	Cool the container with sprayed water to avoid polymerisation. Eliminate hot points.

6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES

Environmental Protection	Do NOT discharge in sewers. Do not allow this chemical to enter the environment Do not contaminate surface water
Cleaning Methods	Contain spreading with sand Recover the product and store it in a dry labelled container. Shovel up

7. HANDLING AND STORAGE

Handling	Storage and handling precautions applicable to products
----------	---



Storage

Store protected from fire and heat. Keep only in the original container. Keep container tightly closed and dry.

8. EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION

Exposure limits

VLE

ME

Individual Protective Equipment

Respiratory protection

Efficient mask in case of insufficient ventilation

Gloves

Hand protection

Replace gloves immediately when torn or any change in appearance is noticed.

Eyes protection

Safety glasses.

Skin and body protection

Suitable Protective clothing

9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES

Form

Powder

Colour incolor

Odour

True to standard

pH Not applicable

Boiling point (°C) Not applicable

Melting point (°C) Not applicable

Flash point (°C) 59°C

Density 1.007 kg/m³ (20°C)

Refractive index 1.451

10. STABILITY AND REACTIVITY

Stability

Stable 12 months at normal conditions

Conditions to be Avoided

Store protected from moisture and heat.



Dangerous Decomposition Products No dangerous reactions known

11. TOXICOLOGICAL INFORMATION

Inhalation : Not determined

Contact with eyes Not determined

Contact with skin Not determined

Ingestion : Not determined

12. ECOLOGICAL INFORMATION

Bio-accumulation Data not available

Eco-toxicity
and surface

Prevent contamination of soil, ground
water.

13. CONSIDERATIONS RELATING TO ITS REMOVAL

Product and Waste Follow local regulations. Destroy the product by
incineration

Packaging Follow local regulations. Destroy the product by
incineration

14. INFORMATION RELATING TO TRANSPORT

ADR/RID :

ONU : 1266

Class 3

Designation : Perfumery product

Packaging group III
:

IMDG :

ONU : 1266



Class	3
Designation :	Perfumery product
Packaging group	III
:	
marin Polluant	No
OACI/IATA	
ONU :	1266
Class	3
Designation :	Perfumery product
Packaging group	III
:	

15. STATUTORY INFORMATION

Not labelled as dangerous according to rules and criteria in EEC directives.

16. OTHER INFORMATION

Risk Phrases

R10	Flammable.
R20	Harmful by inhalation.
R65	Harmful: may cause lung damage if swallowed
R68/22	Harmful: possible risk of irreversible effects if swallowed.

The information contained in this data sheet:

- is based on the current state of our knowledge of the product and its aim is to describe the product in relation to health, safety and the environment.
- in no way constitutes any form of guarantee of the specific properties of the product.



- in no way exempts the user from making himself familiar with and applying all the statutory texts governing his business; he must take sole responsibility for the precautions associated with his use of the product.

All the statutory provisions are simply aimed at helping the addressee to fulfil the obligations devolving on him. This list should not be considered as exhaustive.

The addressee must check that there are no other obligations devolving on him pursuant to other statutory regulations in addition to those listed.

This MSDS supersedes the one dated : 29/06/06

Data compared to the previous version altered in sections 1, 2, 3



Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím diplomové práce a konzultantem.

Datum

5. 1. 2011

Podpis

Jan Průšek



Declaration

I have been notified of the fact that Copyright Act No. 121/2000 Coll. applies to my thesis in full, in particular Section 60, School Work.

I am fully aware that the Technical University of Liberec is not interfering in my copyright by using my thesis for the internal purposes of TUL.

If I use my thesis or grant a licence for its use, I am aware of the fact that I must inform TUL of this fact; in this case TUL has the right to seek that I pay the expenses invested in the creation of my thesis to the full amount.

I compiled the thesis on my own with the use of the acknowledged sources and on the basis of consultation with the head of the thesis and a consultant.

Date

5. 1. 2011

Signature

Jan Průšek